

PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES ÁCIDAS E BÁSICAS



APRESENTAÇÃO

Olá!

O preparo de soluções requer cuidados especiais desde a escolha da qualidade do produto químico, a elaboração dos cálculos e a manipulação adequada, tais como transferência de material, medição (massa, volume), dissolução e aferição do volume desejado.

Veja mais sobre isso nesta Unidade de Aprendizagem!

Bons estudos.

Ao final desta Unidade de Aprendizagem, você deve apresentar os seguintes aprendizados:

- Reconhecer os padrões primários.
- Identificar os métodos de padronização de soluções.
- Calcular a concentração exata das soluções.

**DESAFIO**

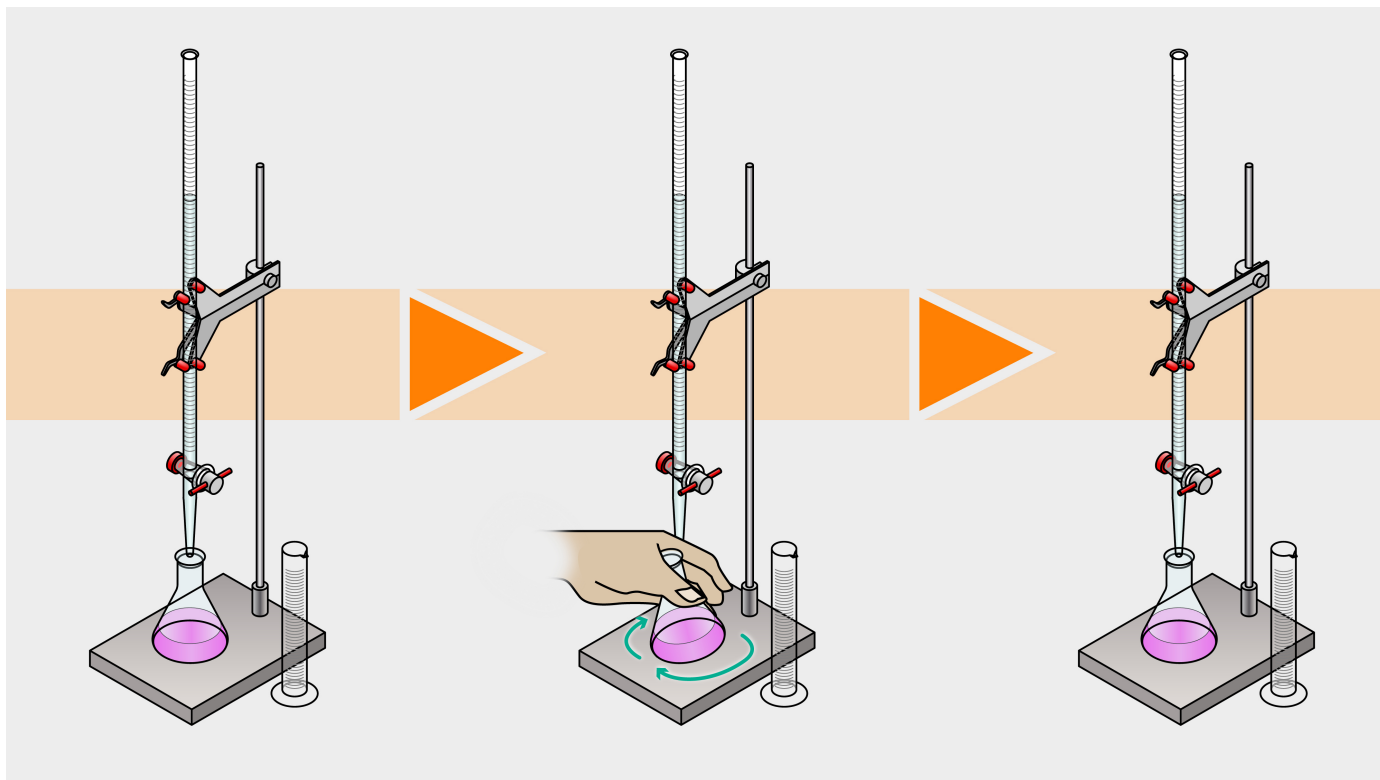
Uma prática muito adotada por um farmacêutico é a medida do teor de ácido acetilsalicílico em alguns comprimidos de analgésicos.

Porém, para que isso seja calculado, é necessária a utilização de uma solução padronizada de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M, o que o farmacêutico ainda terá de fazer.

Para isto, foi realizada a titulação de uma solução de NaOH de concentração aproximada a 0,1 M, utilizando-se de uma bureta previamente lavada, presa em um suporte universal e preenchida com a solução de NaOH até a marca zero. Em um erlenmeyer, adicionou-se 10 mL de biftalato de potássio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) de concentração 0,100 M (padrão primário) com o auxílio de uma pipeta e três gotas de fenolftaleína. A hidroxila OH do NaOH reage com o H da hidroxila do ácido carboxílico, formando uma reação ácido-base com estequiometria 1:1.

Feito isso, deixou-se escoar lentamente a solução da bureta sobre a solução do erlenmeyer, gota a gota, agitando sempre o sistema até que persistisse a coloração levemente rósea. Repetiu-se três vezes todo o processo dessa titulação, com volumes gastos de NaOH: 10,4 mL, 10,5 mL 10,4 mL . Sendo, então, a média das medidas 10,45 mL de NaOH gastos na bureta (titulante).

Qual é a concentração de NaOH real e padronizada utilizada neste experimento?



INFOGRÁFICO

A solução padrão a ser usada em uma análise volumétrica como titulante deve ser cuidadosamente preparada. A preparação dessas soluções requer, direta ou indiretamente, o uso de um reagente quimicamente puro e com composição perfeitamente definida. Os reagentes com essas características são chamados de padrões primários. Veja no Infográfico as características que necessitam ser consideradas em padrões primários:

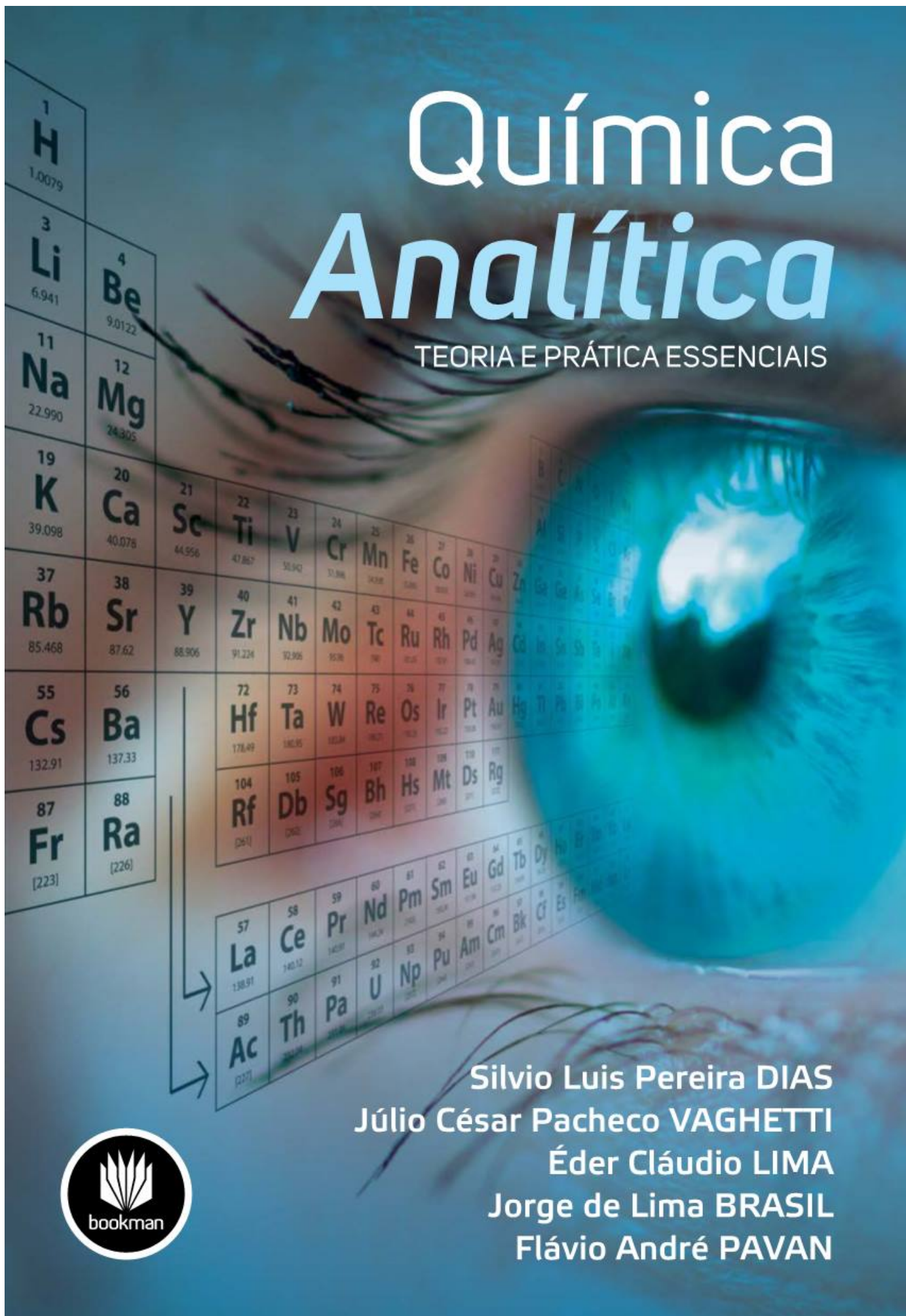


CONTEÚDO DO LIVRO

Em análise volumétrica, a concentração ou massa da amostra é determinada a partir do volume da solução titulante de concentração conhecida. Qualquer erro na concentração da solução titulante levará a um erro na análise. Portanto, as soluções padrão preparadas através de padrões primários desempenham um papel central nos métodos titulométricos de análise. Para descobrir um pouco mais sobre o conteúdo desta Unidade, acompanhe um trecho do seguinte livro: **Química Analítica: Teoria e prática essenciais**. Boa leitura!

Química *Analítica*

TEORIA E PRÁTICA ESSENCIAIS



Silvio Luis Pereira DIAS
Júlio César Pacheco VAGHETTI
Éder Cláudio LIMA
Jorge de Lima BRASIL
Flávio André PAVAN

Silvio Luis Pereira Dias

Doutor em Ciências pela Unicamp, professor do
Departamento de Química Inorgânica da UFRGS

Júlio César Pacheco Vaghetti

Doutor em Química pela UFRGS, químico da
Central Analítica do Instituto de Química da UFRGS

Éder Cláudio Lima

Doutor em Química pela UFSCar, professor do
Departamento de Química Inorgânica da UFRGS

Jorge de Lima Brasil

Doutor em Química pela UFRGS, professor do
Instituto Federal do Rio Grande do Sul - IFRS Campus Alvorada

Flávio André Pavan

Doutor em Química pela UFRGS, professor da
Universidade Federal do Pampa, UNIPAMPA



Q6 Química analítica : teoria e prática essenciais [recurso eletrônico]
 / Silvio Luis Pereira Dias ... [et al.]. – Porto Alegre :
 Bookman, 2016.

Editado como livro impresso em 2016.
ISBN 978-85-8260-391-8

1. Química analítica. I. Dias, Silvio Luis Pereira.

CDU 543

Catálogo na publicação: Poliana Sanchez de Araujo – CRB 10/2094

Capítulo 6

Preparação e padronização de soluções

Neste capítulo você estudará:

- Os principais métodos para a preparação e padronização de soluções.
- A descrição detalhada para a correta realização dos procedimentos.

Dentre os métodos de análise quantitativa clássica, os ensaios volumétricos estão entre os mais conhecidos e aplicados na determinação de quantidades relativas de constituintes de interesse (analito) em termos de massa ou concentração em uma amostra de material. Nos ensaios volumétricos, o analito é colocado na forma de uma solução para reagir com outra substância, também na forma de uma solução, porém, com concentração conhecida. O processo envolvido na reação entre o analito e a solução de concentração conhecida é denominado titulação.

DEFINIÇÃO

Titulação é o processo envolvido na reação entre o analito e a solução de concentração conhecida.

No processo de titulação, comumente a solução de concentração conhecida é colocada na bureta (titulante) e a solução do analito (titulado) é colocada no erlenmeyer. Uma solução cuja concentração é conhecida com grande exatidão é denominada solução padrão.

Cálculo

1 litro de HCl concentrado teria 1190 g se fosse 100%, mas como é 37% em HCl, temos:

$$\begin{array}{rcl} 1190 \text{ g} & \text{-----} & 100\% \\ x & \text{-----} & 37\% \end{array}$$

$$x = 440,3 \text{ g/L de HCl}$$

$$M_{\text{HCl}} = m \text{ (g)} / MM_{\text{HCl}}(\text{g/mol}) \times V \text{ (L)} = 440,3 \text{ g} / 36,5 \text{ g/mol} \times 1 \text{ L} = 12,1 \text{ mol/L}$$

Portanto, o volume necessário para preparar 500 mL de solução de HCl 0,1 mol/L é

$$12 \text{ mol/L} \times V = 0,1 \text{ mol/L} \times 500 \text{ mL} \quad V \approx 4,1 \text{ mL devem ser coletados do HCl concentrado}$$

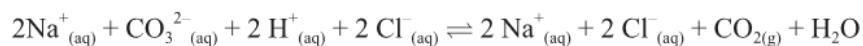
Padronização da solução de HCl 0,1 mol/L

Utilizando carbonato de sódio anidro (Na_2CO_3)

O carbonato de sódio anidro é uma substância padrão primário de pureza ao redor de 99,95% que deve ser aquecida a uma temperatura ao redor de 270 a 300°C por 1 hora e, antes de ser utilizada, deve ser resfriada em dessecador.

1. Pese, por diferença, em balança analítica, cerca de 0,15 a 0,20 g de carbonato de sódio anotando a massa com exatidão de 0,1 mg. Transfira a massa para dentro de um erlenmeyer de 250 mL.
2. Adicione aproximadamente 25 mL de água destilada, uma gota de alaranjado de metila ou verde de bromocresol e proceda à titulação com agitação vagarosa do erlenmeyer até que ocorra uma mudança de coloração de amarelo para laranja róseo (tendendo ao vermelho).
3. Nesse ponto, deve-se ferver brevemente a solução durante 2 minutos até que a coloração retorne ao amarelo ou alaranjado, obtendo, assim, um ponto final

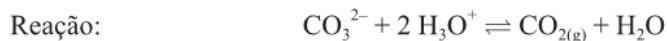
A titulação de carbonato de sódio com ácido clorídrico envolve a seguinte equação global:



Essa reação é descrita simplificada pelas seguintes etapas:

- **antes da adição de ácido clorídrico:** o pH da solução é determinado pela reação ácido-base entre os íons carbonato e a água;
- **após a adição de ácido clorídrico até o primeiro ponto de equivalência:** ocorre a formação da solução-tampão $\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$;
- **no primeiro ponto de equivalência:** solução de HCO_3^- , pH $\approx 8,4$;
- **após o primeiro ponto de equivalência:** ocorre a formação da solução-tam-

Volume corrigido de HCl na bureta: $31,60 \text{ mL} = 31,60 \times 10^{-3} \text{ mL}$



Estequiometria: 1 mol — 2 mols

$$m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} / \text{MM}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \text{ ————— } M_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl corrigido}}$$

Substituindo os valores na equação estequiométrica, obtem-se:

$$M_{\text{HCl}} = 2 (m_{\text{CO}_3^{2-}} / \text{MM}_{\text{CO}_3^{2-}}) / V_{\text{HCl corrigido}} = 2 (0,1676 / 105,99) / 31,60 \times 10^{-3} = 0,1001 \text{ mol/L}$$

Obs: Supondo que uma segunda padronização do HCl cuja $C_{\text{HCl}} = 0,1005 \text{ mol/L}$

$$E_{r\%} = 0,1005 - 0,1001 / 0,1005 \times 100 = 0,4\%$$

Como o erro relativo percentual é maior que 0,3%, é necessário proceder uma terceira titulação.

Utilizando tetraborato de sódio

O sal de tetraborato de sódio deve estar condicionado em um ambiente saturado de umidade, por exemplo, em um frasco dessecador (sem agente secante) contendo uma solução saturada de sacarose.

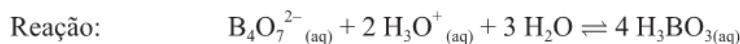
1. Pese, por diferença, em balança analítica, cerca de 0,7 a 0,8 g de tetraborato de sódio (bórax; $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$; $M_1 = 381,37 \text{ g/mol}$) com exatidão de 0,1 mg e transfira a massa pesada para dentro de um erlenmeyer de 250 mL.
2. Dissolva o sal de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ em aproximadamente 50 mL de água destilada e adicione três gotas do indicador misto (verde de bromocresol + vermelho de metila).
3. Proceda à titulação da solução de HCl e padronize até a solução tornar-se incolor.
4. Repita o procedimento duas vezes e calcule a concentração molar da solução de HCl.

Dados:

$$\begin{array}{lclclcl} m_1 \text{ bórax} & \text{—————} & V_1 \text{ lido na bureta} & \text{—————} & V_1 \text{ corrigido} & \text{—————} & M_{\text{HCl1}} \\ m_2 \text{ bórax} & \text{—————} & V_2 \text{ lido na bureta} & \text{—————} & V_2 \text{ corrigido} & \text{—————} & M_{\text{HCl2}} \end{array}$$

Os resultados não devem diferir de 0,3%.

Cálculo



Estequiometria: 1 mol — 2 mols

$$m_{\text{bórax}} / \text{MM}_{\text{bórax}} \text{ ————— } M_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl corrigido}}$$

A expressão para o cálculo da concentração molar do ácido clorídrico fica:

$$M_{\text{HCl}} = 2 (m_{\text{B}_4\text{O}_7^{2-}} / \text{MM}_{\text{B}_4\text{O}_7^{2-}}) / V_{\text{HCl corrigido}}$$

Preparação da solução padrão de hidróxido de sódio 0,1 mol/L

Dissolva cerca de 2,0 g de hidróxido de sódio p.a, $MM = 40,00 \text{ g/mol}$, em 0,5 litro de água deionizada. Transfira para um frasco de plástico.

Cálculo

$$m_{\text{NaOH}} (\text{g}) = M (\text{mol/L}) \times MM (\text{g/mol}) \times V (\text{L}) = 0,1 \text{ mol/L} \times 40,00 \text{ g/mol} \times 0,5 \text{ L} = 2,0 \text{ g}$$

Padronização da solução de NaOH

Utilizando hidrogenoftalato de potássio

1. Pese, por diferença, em balança analítica, cerca de 0,7 a 0,9 g de hidrogenoftalato de potássio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$; $MM = 204,23 \text{ g/mol}$), previamente dessecado a $110\text{--}120^\circ\text{C}$ durante 1-2 h, para dentro de um erlenmeyer de 250 mL, dissolvendo com água destilada fervida e resfriada.
2. Adicione duas gotas de fenolftaleína e titule com a solução de NaOH e padronize até o aparecimento de coloração rósea permanente por 30 segundos.
3. Repita o procedimento uma vez e calcule a concentração molar da solução de NaOH.

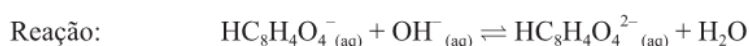
Cálculo

Dados de uma titulação para a padronização de NaOH com hidrogenoftalato de potássio. Calcule a concentração molar do NaOH.

$$MM_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 204,23 \text{ g/mol}$$

$$m_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4} = 0,6732 \text{ g}$$

$$\text{Volume corrigido de HCl na bureta: } 30,45 \text{ mL} = 30,45 \times 10^{-3} \text{ L}$$



$$\text{Estequiometria: } 1 \text{ mol} \text{ — } 1 \text{ mol}$$

$$m_{\text{biftalato de potássio}} / MM_{\text{biftalato de potássio}} \text{ — } M_{\text{OH}^-} \cdot V_{\text{OH}^- \text{ corrigido}}$$

$$M_{\text{OH}^-} = m_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4} / MM_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4} \times V_{\text{OH}^- \text{ corrigido}}$$

$$M_{\text{OH}^-} = (0,6732/204,23) / 30,45 \times 10^{-3} = 0,1083 \text{ mol/L}$$

Supondo a utilização de uma solução padrão secundário de HCl 0,1010 mol/L

1. Com a pipeta volumétrica aferida, pipete 10 mL de solução padrão de HCl 0,1010 mol/L preparada anteriormente e transfira para um erlenmeyer limpo com três gotas de fenolftaleína. A fenolftaleína em meio ácido fica incolor, enquanto em meio alcalino adquire coloração rósea.

2. Titule o conteúdo do erlenmeyer, colocando o NaOH na bureta. O ponto final é evidenciado pelo aparecimento de uma leve cor rósea persistente por mais de 30 segundos. Caso seja obtida uma coloração muito forte, despreze a amostra.
3. Anote o volume de NaOH gasto e calcule a concentração molar da solução de NaOH.

Cálculo

Suponha os seguintes dados utilizando uma bureta de 25 mL:

$$M_{\text{HCl}} = 0,1010 \text{ mol/L}$$

Volume de HCl pipeta volumétrico aferido: 10,02 mL

Volume corrigido de OH^- na bureta: 16,31 mL



Estequiometria: 1 mol — 1 mol

Como a relação molar é 1:1, temos que $M_{\text{H}_3\text{O}^+} \times V_{\text{H}_3\text{O}^+} = M_{\text{OH}^-} \times V_{\text{OH}^-}$

$$M_{\text{OH}^-} = M_{\text{H}_3\text{O}^+} \times V_{\text{H}_3\text{O}^+} / V_{\text{OH}^-} = 0,1010 \times 10,02 / 16,31 = 0,06205 \text{ mol/L}$$

O resultado de três determinações não deve diferir de 0,3%.

Encerra aqui o trecho do livro disponibilizado para esta Unidade de Aprendizagem. Na Biblioteca Virtual da Instituição, você encontra a obra na íntegra.



DICA DO PROFESSOR

Em análise volumétrica, a concentração ou massa da amostra é determinada a partir do volume da solução titulante de concentração conhecida. Qualquer erro na concentração da solução titulante levará a um erro na análise.

A videoaula a seguir relata a padronização de soluções ácidas e básicas, além da preparação de soluções de concentração exatamente conhecida, isto é, soluções padrão e sua padronização.

Conteúdo disponível na plataforma virtual de ensino. Confira!



EXERCÍCIOS

1) Qual é a massa necessária para preparar 200 mL de solução de NaOH 0,1 M? Massa molecular NaOH = 40 g.

- a) 0,8 g de NaOH.
- b) 0,08 g de NaOH.
- c) 8 g de NaOH.
- d) 0,02 g de NaOH.
- e) 20 g de NaOH.

2) Para a padronização de NaOH utilizou-se 25 mL de solução de biftalato de potássio, um padrão primário, 0,1372 M como titulado. O indicador utilizado foi fenolftaleína. Quando a coloração rosa do indicador perdurou por 30 segundos, ocorreu o ponto final, em que foram gastos 38 mL de solução de NaOH. Qual é a concentração do NaOH?

- a) 0,9 M de NaOH.

- b) 0,2 M de NaOH.
- c) 0,0903 M de NaOH.
- d) 0,00903 M de NaOH.
- e) 2 M de NaOH.

3) Para preparar 100 mL de solução de HCl 0,1 M foi feita uma diluição a partir do ácido concentrado. A massa molecular do HCl é 36,5 g, a densidade é 1,18 g/mL e a pureza da solução concentrado deste ácido é 37 % (v/v). Qual será o volume aproximado de solução concentrada de HCl necessário para preparar esta solução diluída de HCl?

- a) 0,01 ml da solução concentrada.
- b) 0,365 ml da solução concentrada.
- c) 0,308 ml da solução concentrada.
- d) 0,836 ml da solução concentrada.
- e) 0,0836 mL da solução concentrada.

4) Em um experimento, um analgésico contendo ácido acetilsalicílico foi diluído, resultando em 20 ml de solução. Realizou-se através de titulação com uma solução padronizada de hidróxido de sódio NaOH 0,1M, sendo que a reação de neutralização é a seguinte: $C_8O_2H_7COOH + NaOH \rightarrow C_8O_2H_7COONa + H_2O$ Notou-se que foi consumido 12 mL do NaOH para que o ponto de equivalência fosse observado. Neste caso, qual é a concentração, em mol/L, e a massa, em g, respectivamente, deste comprimido? Massa molecular do comprimido = 180 g

- a) 0,006 mol/L e 1,08 g.
- b) 0,06 mol/L e 10,8 g.
- c) 0,167 mol/L e 10,8 g.
- d) 0,06 mol/L e 180 g.
- e) 0,167 mol/L e 30 g.

5) Sabendo-se que o Na_2CO_3 é um padrão primário, qual é a massa, em g, que deve-se pesar para preparar 500 mL de uma solução a 0,2 mol/L deste sal ? Massa molecular $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 106\text{g}$.

- a) 0,100 g.
- b) 0,106 g.
- c) 42,4 g.
- d) 106 g.
- e) 10,6 g.



NA PRÁTICA

Nas determinações analíticas volumétricas são utilizadas soluções com concentrações bem conhecidas, chamadas de soluções padrão, provindas de padrões primários.

Operacionalmente, uma substância a ser dosada é solubilizada e, da solução resultante, é tomada uma alíquota de volume conhecido, ou então utiliza-se a titulação como forma de padronização desta solução. Veja, na prática, algumas substâncias utilizadas na padronização de soluções ácidas e básicas.

**SAIBA +**

Para ampliar o seu conhecimento a respeito desse assunto, veja abaixo as sugestões do professor:

Determinação do Ácido Acetilsalicílico em Medicamentos _ Feira de Ciências / 2014

Conteúdo disponível na plataforma virtual de ensino. Confira!

Preparo Solução Padrão

Conteúdo disponível na plataforma virtual de ensino. Confira!

Volumetria (titulometria) - Parte1

Conteúdo disponível na plataforma virtual de ensino. Confira!